Applicant Terrassa Areal Rogelio

Application No. 10/825,048
Filing Date : April 15, 2004

For METHOD FOR THE DE-ACIDIFICATION OF CELLUSO

MATERIAL

Examiner CORDRAY, DENNIS R

Art Unit ; 1731

### **EXHIBIT A**

# PCT ORGANIZACION MUNDIAL DE LA PROTEDAD INTELECTUAL SOLICITUD INTERNACIONAL PUBLICADA EN VIRTUD DEL TRATADO DE COOPERACION EN MATERIA DE PATENTES (PCT)

51) Clasificación Internacional de Patentes <sup>7</sup> : D21C	A2	(11) Número de publicación internacional: WO 00/08250  (43) Fecha de publicación internacional: 17 de Febrero de 2000 (17.02.00)
(21) Solicitud Internacional:  PCDES  Pcha de la presentación internacional:  20 de Julio de 1999 (  (36) Datos relativos a la prioridad:  P 980/1733  31 de Julio de 1998 (31.07.2)  P 980/1737  31 de Julio de 1998 (31.07.2)  (71) Solicitante Ipara tedes los Estados desigeados solvo le VERSTAT POLITECNICA DE CATALINYA Codom, II. e-84222 Ternasea (ISS).  (72) Inventor; e (75) Inventoraciolicitantes (solio US): AREAL GUERRA (ISS/ISS): Colom, 11, E-08222 Ternasea (ES).  (74) Mandutario: CARPINTERO LOPEZ, Francisco; Ir Asociados, S.L., Alcalá, 35, E-28014 Madrid (ES)	29.07.9 98) 1 98) 1 (ES/E), Roge	BR, BY, CA, CH, CN, CU, CZ, DE, DK, EE, IS, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, DI, LI, NI, S, P, KE KG, GD, GE, GH, GM, HR, HU, DI, LI, NI, S, P, KE KG, KF, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MD, MG, MK, MM, MM, MM, MM, MM, MM, MM, MM, MM

(54) Title: PRODUCT FOR DESACIDIFICATION OF CELLULOSE MATERIAL, PRODUCTION AND UTILIZATION THEREOF

(54) Título: PRODUCTO PARA LA DESACIDIFICACION DE MATERIAL CELULOSICO, SU OBTENCION Y EMPLEO

#### (57) Abstract

The product is in the form of a solution and is comprised of carbonsted magnetism di-m-procylato, r-propagal and a hyporlustronarbonated diluent (HRC) selected between 1,1,1,2-hernfluorenthern (HRC 134a) and 1,1,1,2,3,3-hepafluoropropose (HRC 227). The product can be obtained through a process which comprises the preparation of a solution of di-n-propagal and diluting said cultions by addition of the dilutent HPC. The product is appropriate for describing carbonate into m-propagal and preservation of objects based on cellulose material.

#### (57) Resumen

El producto se presenta en forma de una disolución y está compuesto por di-n-propilato de magnesio carbonatado, n-propinol, y un disciputa hidrofisiorocarbonado (HFC) seleccionado entre 1,1,2-tentafisoroctano (HFC 1346) y 1,1,1,2,3,3-hepáthuror-propino (HFC 277). El producto podeo doctamen mediante un procedimiento que compresdo persparar una escletón de din-propinal os françacion carbonatado en n-propinal y dilutri dicha solicidos por adición del diluyease HFC. El producto es adecuado para desacidificar material establicio y perservar objetos de tase de material establicios y perservar objetos de tase de material establicios.

magnesio metal utilizado en cualquiera de los Procedimientos A y B puede encontrarse en forma de cinta, en cuyo caso, necesita una preparación adecuada (véase el Ejemblo 1.2).

5

10

15

20

24

25

30

35

Alternativamente, la suspensión de di-n-propilato de magnesio en n-propanol puede prepararse por un procedimiento (Procedimiento C) que no requiere el empleo de cinta de magnesio sino de magnesio en forma de polvo, con una granulometría de 50 a 150 µm. Este Procedimiento C comprende, por tanto, (i) hacer reaccionar magnesio en forma de polvo con una granulometría comprendida entre 50 v 150 um con n-propanol anhidro en presencia de yodo, que actúa como catalizador, calentando suavemente hasta que comienza el desprendimiento de hidrógeno, y, a partir de ese momento, como la reacción es fuertemente exotérmica, (ii) refrigerar la mezcla de reacción hasta la temperatura de ebullición, con el fin de controlar la velocidad de la reacción a ebullición suave hasta que cesa el desprendimiento de hidrógeno y desaparecen las últimas partículas de magnesio, obteniéndose de esta manera una suspensión de di-n-propilato de magnesio en npropanol.

El uso de magnesio en forma de polvo con la granulometría indicada (50-150 mm) hace que la reacción del magnesio con el n-propanol en presencia de yodo sea exotérmica, con lo que se debe enfriar el medio de reacción en lugar de aportar energía externa adicional, y permite, además, acortar el tiempo de reacción itípicamente, el tiempo total de reacción para la obtención del di-n-propilato de magnesio es de 4-5 horas!

El di-n-propilato de magnesio carbonatado puede utilizarse en la elaboración de un producto, en forma de disolución, adecuado para la desacidificación de material celulósico junto con n-propanol, y un diluyente seleccionado entre el HFC 134a y el HFC 227.

En el sentido utilizado en esta descripción, el

1.0

20

25

30

17

proporciones análogas.

#### EJEMPLO 2

Preparación de di-n-propilato de magnesio carbonatado

## 2.1 Preparación de di-n-propilato de magnesio (Procedimiento C)

En un matraz de fondo redondo de 5 1 de capacidad, provisto de un refrigerante de reflujo protegido con un tubo de cloruro cálcico anhidro, se colocan 3.750 ml de n-propanol anhidro (3 kg, 50 moles) preparado según el procedimiento descrito en el Ejemplo 1.1, y, a continuación, se añaden 146 g (6 moles) de magnesio metal en polvo con una granulometría comprendida entre 50 y 100 им у 7,5 g de yodo como catalizador. A continuación, la mezcla de reacción se calienta suavemente hasta que se inicia el desprendimiento de hidrógeno y, a partir de ese momento, como la reacción es fuertemente exotérmica, se refrigera el medio de reacción con el fín de controlar la velocidad de la reacción a ebullición suave, durante 6 horas, hasta que cesa el desprendimiento de hidrógeno y desaparecen las últimas partículas de magnesio. Se obtiene una suspensión en n-propanol del di-n-propilato de magnesio, sólido de color gris claro. Se deja enfriar para proceder al siguiente paso de la reacción. Se obtiene una cantidad de producto de 770-800 g, con rendimientos entre 90-92%.

### 2.2 <u>Preparación de di-n-propilato de magnesio</u> carbonatado

A través de la suspensión de di-n-propilato de magnesio en n-propanol obtenida en el Ejemplo 2.1, se hace pasar una corriente de dióxido de carbono completamente anhidro después de pasar por dos torres de secado rellenas de anhidrita. La reacción es exotérmica, alcanzándose temperaturas de hasta 45°C. El compuesto sólido de partida [di-n-propilato de magnesio] va